

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

DERWENT-ACC-NO: 1997-209416

DERWENT-WEEK: 199719

COPYRIGHT 2001 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Crosslinker for polymer of good thermostability in processing - consists of di:allyl isocyanurate salt, esp. for fluorine resin crosslinked at high temp.

PRIORITY-DATA: 1995JP-0231953 (August 17, 1995)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

JP 09059391 A

March 4, 1997

N/A

004

C08J003/24

INT-CL (IPC): C08J 3/24; C08L 21/00; C08L 57/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP09059391A

BASIC-ABSTRACT:

The crosslinker consists of diallyl isocyanurate salt.

Pref. polymer to which the crosslinker is applicable is, e.g. ethylene-propylene-diene rubber, chlorosulphonated polyethylene rubber, EVAc rubber, polyethylene or fluorine resin.

USE - For polymer is useful for increasing the crosslinking density of polymer and improving heat resistance, weather resistance, electrical and mechanical characteristics and resistance to hydrolysis of rubber or resin.

ADVANTAGE - The crosslinker has good thermostability in processing and is esp. suitable for fluorine resin which is crosslinked at high temp..

[Full](#) | [Title](#) | [Citation](#) | [Front](#) | [Review](#) | [Classification](#) | [Date](#) | [Reference](#) | [Claims](#) | [KMC](#) | [Draw Desc](#) | [Image](#)



7. Document ID: JP 08295776 A

L5: Entry 7 of 8

File: DWPI

Nov 12, 1996

PUB-NO: JP409059391A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP_09059391_A
TITLE: CROSSLINKING AUXILIARY FOR POLYMER

PUBN-DATE: March 4, 1997

INVENTOR-INFORMATION:

| NAME | COUNTRY |
|---------------------|---------|
| WADA, ATSUSHI | |
| OZAWA, SHUICHI | |
| TAKAYAMA, YOSHIHIRO | |

INT-CL (IPC): C08J 3/24; C08J 3/24

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a crosslinking auxiliary having excellent heat stability in processing, especially useful a fluororesin crosslinked at a high temperature, comprising a diallyl isocyanurate salt.

SOLUTION: This auxiliary is composed of a diallyl isocyanurate salt, preferably a compound of the formula (M is a monovalent metal, e.g. Li, Na or K, preferably Na). A polymer to which the crosslinking auxiliary is applied, is preferably selected from the group of an ethylene-propylene-diene rubber, chlorinated polyethylene rubber, chlorosulfonated polyethylene rubber, hydrogenated acrylonitrile-butadiene rubber, fluororubber, ethylene-vinyl acetate rubber, polyethylene, polypropylene, a fluororesin, a vinyl chloride resin, and a polystyrene. Using amount of the crosslinking auxiliary is usually selected 0.1-20wt.%, preferably 1-10wt.% to the polymer.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

[Full](#) | [Title](#) | [Citation](#) | [Front](#) | [Review](#) | [Classification](#) | [Date](#) | [Reference](#) | [Claims](#) | [KMC](#) | [Drawn Desc](#) | [Clip Img](#) | [Image](#)

3. Document ID: JP 08295776 A

L5: Entry 3 of 8

File: JPAB

Nov 12, 1996

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-59391

(43)公開日 平成9年(1997)3月4日

(51)Int.Cl.⁶
C 0 8 J 3/24
// C 0 8 L 21:00
57:00

識別記号 C E Q
C E R

F I
C 0 8 J 3/24

C E Q Z
C E R Z

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数2 FD (全4頁)

(21)出願番号 特願平7-231953

(22)出願日 平成7年(1995)8月17日

(71)出願人 000230652

日本化成株式会社

福島県いわき市小名浜字高山34番地

(72)発明者 和田 敦志

福島県いわき市小名浜字高山34番地 日本化成株式会社研究所内

(72)発明者 小沢 修一

福島県いわき市小名浜字高山34番地 日本化成株式会社研究所内

(72)発明者 高山 義弘

福島県いわき市小名浜字高山34番地 日本化成株式会社研究所内

(74)代理人 弁理士 岡田 数彦

(54)【発明の名称】 ポリマー用架橋助剤

(57)【要約】

【課題】高温加工時に揮散しない様に熱安定性に優れたポリマー用架橋助剤を提供する。

【解決手段】ジアリルイソシアヌレート塩から成るポリマー用架橋助剤。対象ポリマーとしては、エチレン-ブロピレン-ジエンゴム、塩素化ポリエチレンゴム、クロロスルホン化ポリエチレンゴム、水添アクリロニトリル-ブタジエンゴム、フッ素ゴム、エチレン-酢酸ビニルゴム、ポリエチレン、ポリプロピレン、フッ素樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリスチレンの群から選択された1種が好適であるが、高温度で架橋処理されるフッ素樹脂が最も好適である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ジアリルイソシアヌレート塩から成ることを特徴とするポリマー用架橋助剤。

【請求項2】 ポリマーが、エチレン-プロピレン-ジエンゴム、塩素化ポリエチレンゴム、クロロスルホン化ポリエチレンゴム、水添アクリロニトリル-ブタジエンゴム、フッ素ゴム、エチレン-酢酸ビニルゴム、ポリエチレン、ポリプロピレン、フッ素樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリスチレンの群から選択された1種である請求項1に記載の架橋助剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ポリマー用架橋助剤に関するものであり、詳しくは、加工時の熱安定性に優れたポリマー用架橋助剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 アリル基を有する架橋助剤は、架橋剤との併用により、または、電子線などの活性線照射処理との併用により、ポリマーの架橋密度を高め、ゴムや樹脂などの耐熱性、耐候性、電気特性などを向上する。例えば、トリアリルイソシアヌレートは、その骨格となるトリアジン環の優れた耐熱性により、各種ポリマーの耐熱性を改良し、また、そのユニークな構造と性質とにより、各種ポリマーの機械的性質、耐候性、耐加水分解性なども改良する。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、比較的高温で架橋処理を行うポリマー、例えば、フッ素樹脂などの場合、架橋助剤の飛散損失により、添加した架橋助剤が有効に機能しないことが多い。本発明は、斯かる実情に鑑みなされたものであり、その目的は、高温加工時に揮散しない様に熱安定性に優れたポリマー用架橋助剤を提供することにある。

【0004】

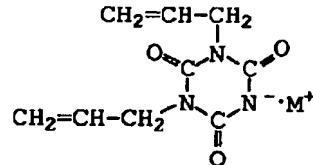
【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明の要旨は、ジアリルイソシアヌレート塩から成ることを特徴とするポリマー用架橋助剤に存する。

【0005】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明において、架橋助剤として好適に使用されるジアリルイソシアヌレート塩は、次の一般式で表される。

【0006】

【化1】



【0007】 上記の一般式中、Mは、一価の金属、例え

ば、Li、Na、Kなどを表す。好適な一価の金属はNaである。

【0008】 本発明において、ジアリルイソシアヌレート塩は、二価以上の金属に対してジアリルイソシアヌレート単位が2個以上結合した塩であってもよい。例えば、二価の金属としては、Be、Mg、Ca、Sr、Ba、Zn、Cdなどが挙げられる。何れのジアリルイソシアヌレート塩も粉末である。最も好ましいジアリルイソシアヌレート塩は、ジアリルイソシアヌレートのCa塩またはZn塩である。

【0009】 ジアリルイソシアヌレートの一価の金属塩は、例えば、ジアリルイソシアヌレートと金属水酸化物の水溶液との中和反応により、また、ジアリルイソシアヌレートの二価の金属塩は、例えば、一価の金属塩と二価の金属塩化物との複分解反応により、容易に得ることが出来る。

【0010】 本発明の架橋助剤が適用されるポリマーは、特に限定されないが、好適なポリマーとしては、エチレン-プロピレン-ジエンゴム、塩素化ポリエチレン、クロロスルホン化ポリエチレンゴム、水添アクリロニトリル-ブタジエンゴム、フッ素ゴム、エチレン-酢酸ビニルゴム、ポリエチレン、ポリプロピレン、フッ素樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリスチレンの群から選択された1種である。これらのポリマーは、有機過酸化物の添加または電子線などの活性線照射性処理により加硫・架橋が可能である。

【0011】 本発明のジアリルイソシアヌレート塩から成る架橋助剤は、通常、2個または4個のアリル基に基づいて2官能または4官能の架橋助剤として作用し、ポリマーの物性を改良する。そして、本発明の架橋助剤は、公知の方法に従い、有機過酸化物、アミン等の適した架橋剤との併用により、または、電子線などの活性線処理との併用により、ポリマーの架橋密度を高め、ゴムや樹脂などの耐熱性、耐候性、電気特性などを向上する。

【0012】 本発明の架橋助剤の使用量は、ポリマーの種類や目的とする物性改良により、広範囲から選択し得るが、ポリマーに対し、通常0.1~20重量%、好ましくは1~10重量%の範囲から選択される。本発明の架橋助剤とポリマーとの混合処理は、二軸スクリュー押出機、パンバリーミキサー、プラベンダー等を使用して行われ、処理温度は、ポリマーの融点以上の高い温度が採用される。

【0013】 上記の混合処理においては、公知の添加剤を適宜使用することが出来る。その様な添加剤としては、代表的には、「イルガノックス1010」、「イルガノックス1015」、「イルガノックス1076」等のアルキル化フェノールから成る酸化防止剤が挙げられる。その他には、難燃剤、顔料などが挙げられる。本発明の架橋助剤によれば、従来、加工温度が高すぎて架橋

助剤を有効に使用されなかつたポリマーに対して有効な架橋反応を行うことが出来る。

【0014】有機過酸化物としては、例えば、2, 5-ジヒドロキシペルオキシドの様なヒドロペルオキシド類、ジクミルペルオキシドの様なジアルキルアリルペルオキシド類が挙げられる。エチレンとテトラフルオロエチレンのコポリマーの様なフッ素樹脂の場合は、活性線照射性処理により架橋する。照射線量は、過剰照射によるポリマーの劣化を避けるため、一般的には約50Mラド以下とされる。具体的な線量は、目的とする架橋度に依存するが、通常2~40Mラド、好ましくは3~20Mラドの範囲から選択される。活性線の照射は、一般的には室温付近で行われるが、それ以上の高温で照射してもよい。

【0015】

【実施例】以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明は、その要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

【0016】実施例1~3及び比較例1

(1) 融点270℃のETFE(エチレン、テトラフルオロエチレン及びヘキサフルオロプロピレン単位を有するハードセグメントから成るフッ素樹脂)、(2) TPE(「ダイキン工業製「ダイエルT-530」:ビニリデンフルオライド、テトラフルオロエチレン及びヘキサフルオロプロピレン単位を有するソフトセグメントから成る熱可塑性エラストマー)、(3) ジアリルイソシアヌレート塩、(4) 酸化防止剤(チバガイギー社製「イルガノックス100」)を使用し、表1に記載の仕込み組成として、1.5インチ一軸スクリュー押出機により300℃で混合処理した。得られた各樹脂組成物を25ミルのスラブに成形し、電子線を全線量5Mラドで照射して架橋処理を行った後、物性測定に供した。結果を表1及び表2に示す。

【0017】引張強さ、スキャントモジュラス(可撓性)の測定は、電子線未照射、電子線照射、電子線照射*

4
* 後アニール処理を行った各試料に行った。E30(30%

%伸びを達成するために要する力/初期断面積)及びM100(100%伸びを達成するために要する力/初期断面積)は、電子線照射、電子線照射後アニール処理を行った各試料に行った。耐溶剤性、熱エージング性および低温衝撃脆性温度試験は、電子線照射試料のみに行つた。

【0018】E30及びM100の測定は、アール・エム・ブラック(R, M, Black)による、ジ・エレ

10 クトリカル・マニュファクチャラー(The Electrical Manufacturer)の静的モジュラス法に従つて行った。

【0019】熱エージング及び溶剤浸漬後に行った測定を包含する引張強さ及び伸びの測定は、ASTM D414に従つて行い、スキャントモジュラスの測定は、ASTM D882に従つて行い、低温衝撃脆性温度試験の測定は、ASTM D746に従つて行った。

【0020】耐溶剤性試験は、試験試料(厚さ0.025インチ、幅1/8インチ)をそれぞれの液体に浸漬し、すなわち、「スカイドロール(Skydrol)500」(モンサント社製)に室温で24時間、「DS-2」に室温で4時間浸漬し、次いで、引張強さ及び伸びを測定することによって行った。「スカイドロール(Skydrol)500」はホスフェートエステル圧媒体であり、「DS-2」はジエチレントリアミン(70%)とエチレングリコールモノエステル(28%)とNaOH(2%)との混合物である。

【0021】熱エージング試験は、試験試料(厚さ0.025インチ、幅1/8インチ)を250℃に調節した30炉の中にそれぞれ1週間および2週間放置した後、引張強さ(T)及び伸び(E)を測定することによって行った。

【0022】

【表1】

| | 実施例 | | | 比較例 |
|--|-----|-----|-----|-----|
| | 1 | 2 | 3 | 1 |
| <配合組成> | | | | |
| ETFE | 77 | 77 | 77 | 77 |
| TPE | 20 | 20 | 20 | 20 |
| 酸化防止剤 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 |
| ジアリルイソシアヌレートCa塩 | 3 | — | — | — |
| ジアリルイソシアヌレートZn塩 | — | 3 | — | — |
| ジアリルイソシアヌレートAl塩 | — | — | 3 | — |
| ジアリルイソシアヌレート | — | — | — | 3 |
| <引張強さ(Kg/cm²)> | | | | |
| 電子線未照射 | 340 | 350 | 345 | 272 |
| 電子線照射 | 336 | 390 | 360 | 260 |
| 電子線照射/アニール | 343 | 382 | 358 | 265 |

| | 5 | 6 | |
|--------------------------------|------|------|------|
| <伸び(%)> | | | |
| 電子線未照射 | 315 | 320 | 320 |
| 電子線照射 | 240 | 250 | 245 |
| 電子線照射／アニール | 220 | 225 | 225 |
| <2%キャリヤス(Kg/cm ²)> | | | |
| 電子線未照射 | 4126 | 4200 | 4188 |
| 電子線照射 | 5381 | 5521 | 5400 |
| 電子線照射／アニール | 4200 | 4300 | 4250 |

【0023】

【表2】

| | 実施例 | | | 比較例 |
|------------------------------------|----------|-----------|--------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 1 |
| <E30(300℃) (Kg/cm ²)> | | | | |
| 電子線照射 | 8.3 | 9 | 8.8 | 6 |
| 電子線照射／アニール | 11.0 | 12 | 11.5 | 10 |
| <E100(300℃) (Kg/cm ²)> | | | | |
| 電子線照射 | 5.0 | 5.5 | 5.5 | 3 |
| 電子線照射／アニール | 6.9 | 6.5 | 6.6 | 5 |
| <耐溶剤性(Kg/cm ²)> | | | | |
| T/E | | | | |
| DS-2(24時間/室温) | 395/21 | 400/25 | 401/24 | 300/35 |
| スカイド-500(24時間/室温) | 348/16 | 360/17 | 355/20 | 277/30 |
| <熱エージング性(Kg/cm ²)> | | | | |
| T/E | | | | |
| 1週間(250℃) | 294/14.5 | 311/15 | 300/15 | 255/30 |
| 2週間(250℃) | 276/12 | 301/14 | 288/14 | 250/28 |
| <低温衝撃脆性温度> | | | | |
| | (| 全て-65℃で合格 |) | |

【0024】

【発明の効果】以上説明した本発明によれば、高温加工時に揮散しない様に熱安定性に優れたポリマー用架橋助

* 剤を提供され、本発明のポリマー用架橋助剤は、特に、高温度で架橋処理されるフッ素樹脂用として好適である。

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09059391 A**

(43) Date of publication of application: **04.03.97**

(51) Int. Cl

C08J 3/24

C08J 3/24

// C08L 21:00

C08L 57:00

(21) Application number: **07231953**

(71) Applicant: **NIPPON KASEI CHEM CO LTD**

(22) Date of filing: **17.08.95**

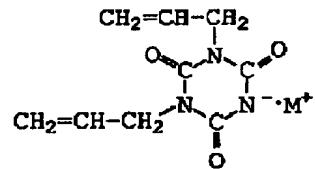
(72) Inventor: **WADA ATSUSHI
OZAWA SHUICHI
TAKAYAMA YOSHIHIRO**

(54) CROSSLINKING AUXILIARY FOR POLYMER

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a crosslinking auxiliary having excellent heat stability in processing, especially useful a fluororesin crosslinked at a high temperature, comprising a diallyl isocyanurate salt.

SOLUTION: This auxiliary is composed of a diallyl isocyanurate salt, preferably a compound of the formula (M is a monovalent metal, e.g. Li, Na or K, preferably Na). A polymer to which the crosslinking auxiliary is applied, is preferably selected from the group of an ethylene-propylene-diene rubber, chlorinated polyethylene rubber, chlorosulfonated polyethylene rubber, hydrogenated acrylonitrile-butadiene rubber, fluororubber, ethylene-vinyl acetate rubber, polyethylene, polypropylene, a fluororesin, a vinyl chloride resin, and a polystyrene. Using amount of the crosslinking auxiliary is usually selected 0.1-20wt.%, preferably 1-10wt.% to the polymer.



COPYRIGHT: (C)1997,JPO